

(別紙5) 補助事業概要の広報資料

整理番号 2017M-010
補助事業名 29年度ナノ領域新機能材料等の分析技術の向上と標準化支援補助事業
補助事業者名 一般社団法人 研究産業・産業技術振興協会

1 補助事業の概要

(1) 事業の目的

本事業は日本のナノ計測の分野で強みを持つ分析計測手法を取り上げ、日本の分析機関の計測技術の水準を高め、計測ノウハウを共有化し、分析技術の国際標準化に貢献、国際競争力を高めることを目的とする。新規ナノ材料製品の国際市場への投入を継続的にかつ優位に行い、ナノ計測手法の信頼性と最先端性によって支援していくことを目的とする。

(2) 実施内容

① ナノ領域新機能材料等の分析技術の向上と標準化支援

ナノ材料の分析について、日本の分析機関の計測技術の水準を高め、計測ノウハウを共有化し、それら分析技術の国際標準化に貢献することにより国際競争力を高めることを目的とする。そして新規ナノ材料製品の国際市場への投入を継続的にかつ優位に行うことをナノ計測手法の測定の信頼性と最先端性によって支援していく。

走査型電子顕微鏡(SEM)の像解像度評価の標準化に向けた評価方法及び評価用標準物質の開発、及び飛行時間測定二次イオン質量分析法(TOF-SIMS)の標準化に向けた基礎検討を、平成27年度から開始した。平成29年度は、最終3年目の活動を行ない、本事業をまとめた。

平成27~28年度に、ナノサイズのSEM像観察に適した、直径60、120、300 nmのタングステンシリコン基板に埋め込んだ二次元ドットアレイからなる標準試料を開発した。平成29年度に、産業技術総合研究所により認証標準物質(CRM)の開発を完了した。開発されたCRMは、NMIJ内での認証手続きを経て、2018年度末までにドットピッチを認証値とする認証標準物質「NMIJ CRM 5207-a タングステンドット」として認証され(図1)、頒布が開始される見通しである。

TOF-SIMSは有機系材料の分析ができる定性分析法としては優れるが、マトリックス効果等の様々な要因のためイオン信号強度の安定性に乏しく定量分析法として広く認知されているとはいいがたい。標準試料の材料の探索と共通測定による検証とを繰り返したところ、有機ELデバイスで使用されている実材料系(Ir(ppy)₃/mCBP)が、経時変化が僅かで、厚み方向の変動も少なく、TOF-SIMS分析のマトリックス効果を検証できるだけの品質を備えた標準試料を提供できる手がかりが得られた。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 5207-a

No. + + +



タングステンドットアレイ

Tungsten Dot-array

本標準物質はISO GUIDE 34:2009およびISO/IEC 17025:2005に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたタングステンドットアレイであり、走査電子顕微鏡法(SEM)などの倍率校正及び性能評価に用いることができる。

【認証値】

本標準物質はシリコン基板上に作製された大きさの異なる3種類の正方形のタングステンドットアレイである。ドットアレイ（ドットアレイA、B、C）のドットピッチがそれぞれ認証されており、認証値は以下の通りである。認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約95%の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。

	CAS 番号	認証値 ドットピッチ (x方向)(nm)	拡張不確かさ ドットピッチ (x方向)(nm)	認証値 ドットピッチ (y方向)(nm)	拡張不確かさ ドットピッチ (y方向)(nm)
タングステンドットアレイ ドットアレイA		119.0	1.5	119.0	1.5
タングステンドットアレイ ドットアレイB	Si:7440-21-8 W:7440-33-7	199.1	2.4	199.1	2.4
タングステンドットアレイ ドットアレイC		597.7	7.3	597.7	7.3

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、SEMによって決定した。ドットピッチを加速電圧15kVで撮影した二次電子像における隣接するドットの重心間距離と定義し、撮影されたSEM画像解析によりこれを求めた。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、英国NPLの測長AFMを通じて国際単位系(SI)にトレーサビリティをもつ倍率校正用標準物質(MRS-6、Geller MicroAnalytical Laboratory社)を用い倍率校正したSEM装置により求めた。したがって、本標準物質の認証値はSIにトレーサブルである。

【有効期間】

本標準物質が下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から1年間有効である。

【形状等】

本標準物質は7mm×7mm×0.7mmの立方体の薄片であり、両鏡面基板の片側にドットアレイが作製されている。標準物質はドットアレイが表向きの状態でプラスチック容器に入れられ、個別包装されている。3つのドットアレイは図1(a)のように配置されており、左上がドットアレイA、右上がドットアレイB、左下がドットアレイCである。このときx,y方向を図1(a)の向きにとる。なお、右下のパターンはプロセス管理用である。各ドットアレイの

2. 予想される実施効果

SEMの分析標準化支援：

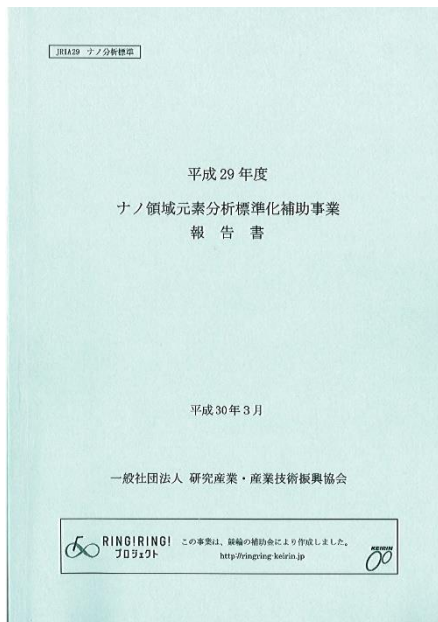
今回認定された標準物質により、SEM分析の普及が促進され、ナノ材料・デバイスの技術発展に貢献することが期待される。

TOF-SIMSの分析標準化支援：

今回見出した標準物質候補により、今まで全く手つかずであった標準化分析手法の確立に向けた開発が活性化される。

3. 補助事業に係る成果物

(1)補助事業で作成したもの



目次	
第1章 本事業の実施の背景・目的・体制	7
第2章 ナノスケール材料の分析技術とその標準化	11
2.1 ナノ材料評価技術とその国際標準化	11
2.1.1 ナノ材料の用語の定義	11
2.1.2 SEM像シャープネス標準化	15
2.2 走査電子顕微鏡 (SEM) について	15
2.2.1 走査電子顕微鏡の種類と構成	15
2.2.2 標準物質の作成 - SEM像シャープネス評価用	19
2.2.3 SEMにおける像シャープネス評価の位置付け	19
2.2.4 像シャープネス評価用標準物質	19
2.4 長周期短時間二次イオン質量分析 (TOF-SIMS) について	20
2.4.1 TOF-SIMSの構成と原理	20
2.4.2 TOF-SIMSの原理	21
2.5 TOF-SIMS分析法に関する標準化	22
2.5.1 TOF-SIMSの標準化と当事業の関わり	22
2.5.2 TOF-SIMSの実用分析における課題	23
2.5.3 TOF-SIMS用の有機材料標準物質の状況	26
2.6 高分辨率二次イオン質量分析機への展望	26
第3章 SEM像シャープネス評価用の標準物質の開発	27
3.1 現状用いられるSEM像分解能の評価方法	27
3.1.1 ギャップ分解能	27
3.1.2 評価用標準物質	27
3.2 像シャープネス評価用の標準物質の開発目的	28
3.2.1 標準物質プロトタイプの仕様検討	28
3.3 標準物質プロトタイプの高品質評価項目	33
3.4 標準物質二次プロトタイプの品質評価結果	36
3.4.1 SEMによる上面からの像分解	36
3.4.2 FTB-SIM測定	38
3.4.3 FTB-TBM測定	42
3.4.4 AFM測定	48
3.4.5 DUV測定	55
3.5 第二次標準物質プロトタイプのSEM像を用いた像シャープネス評価	56
3.5.1 DR法による像シャープネス評価手順-56-	56
3.5.2 像シャープネス評価用標準物質プロトタイプを用いた共通測定	57
3.5.3 観察手順	57
3.5.4 共通測定結果	58
3.6 まとめ	67
3.6.1 像シャープネス評価用標準物質プロトタイプの評価	67
3.7 総括標準物質開発への貢献	68
3.7.1 NMIJでの総括標準物質開発への貢献	68
3.7.2 総括標準物質開発にかかわる成果品について	70
第4章 TOF-SIMS強度検出工用標準物質の開発	71
4.1 開発の目的	71
4.1.1 標準物質の仕様に関する検討	71
4.1.2 TOF-SIMS分析上の課題に関する検討	72
4.1.3 活動方針	72
4.2 PC標準物質の測定による予備的調査	73
4.2.1 PC標準物質の測定目的	73
4.2.2 試料作製方法	73
4.2.3 PC標準物質の測定	74
4.2.4 PC標準物質の品質評価結果	80
4.3 ARC標準物質の開発・測定による予備的調査	81
4.3.1 ARC有機標準物質の概要	81
4.3.2 HR-RBSによる標準測定	82
4.3.3 GCIB-TOF-SIMSによる試料のデブスプロファイル測定	89
4.3.4 共通測定結果 (3社)	91
4.3.5 測定結果まとめ	100
4.4 レジスト標準物質の開発	104
4.4.1 レジスト標準物質開発の目的および概観	104
4.4.2 下地金属膜の作製法検討	104
4.4.3 ZEP有機膜の作製法の検討	105
4.4.4 ZEP有機膜標準物質の作成条件の検討	106
4.4.5 レジスト標準物質の作成結果	108
4.4.6 ZEP有機標準物質のTOF-SIMS分析	109
4.4.7 ZEP有機標準物質のXPS分析	126
4.5 EL有機標準物質の開発	139
4.5.1 EL有機標準物質の作製仕様	140
4.5.2 有機EL膜のHPLC分析	140
4.5.3 TOF-SIMS分析結果 I	153
4.5.4 TOF-SIMS分析結果 II	168
4.5.5 有機EL膜のXPS分析	189
第5章 総括	201
5.1 今期の活動成果	201
5.2 今後の活動	202

- (2) (1)以外で当事業において作成したもの
該当なし。

4 事業内容についての問い合わせ先

団 体 名： 一般社団法人 研究産業・産業技術振興協会
(ケンキュウサンギョウ・サンギョウギジュツシンコウキョウカイ)

住 所： 〒113-0033
東京都文京区本郷3-23-1 クロセビア本郷2F

代 表 者： 会長 石原 廣司 (イシハラ コウジ)

担当部署： 調査研究部 (チョウサケンキュウブ)

担当者名： 岩崎 仁志 (イワサキ ヒトシ)

電話番号： 03-3868-0826

F A X： 03-5684-6340

E-mail： iwasaki@jria.or.jp

U R L： <http://www.jria.or.jp>